

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **10142143 A**(43) Date of publication of application: **29.05.98**

(51) Int. Cl.

G01N 21/27
C23C 18/31
C23C 18/50

(21) Application number: **08298432**(22) Date of filing: **11.11.96**(71) Applicant: **CHUO SEISAKUSHO LTD**

(72) Inventor:
TSUGE YOSHIO
KATO KAZUNARI
TAKEUCHI JIRO

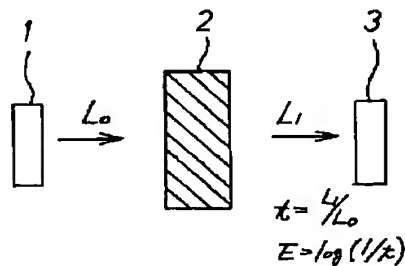
(54) **NICKEL CONCENTRATION MEASURING
 METHOD OF NONELECTROLYTIC NICKEL
 PLATING SOLUTION**

COPYRIGHT: (C)1998,JPO

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To enable accurate measurement in absorptiometry even if the number of turns proceeds by using a continuous spectrum light source having a specific short wavelength of half width and a specific long wavelength as a red light source.

SOLUTION: A continuous spectrum light source with a short wavelength of half width of 600 to 650nm and a long wavelength of 750 to 800nm is used as a red light source 1. Letting the amount of incident light irradiating a nonelectrolytic nickel plating solution 2 from the red light source 1 be L_0 and the amount of transmission light entering a light receiver 3 be L_1 , it is possible to obtain the nickel concentration of an electrolytic plating solution 2 from the equation; absorbance $E = \log(1/t)$ (transmittance: $t = L_1/L_0$). By this, it is possible to measure with accuracy by eliminating the effects of change in shape of an absorbance curve associated with the process of turn number.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平10-142143

(43) 公開日 平成10年(1998) 5月29日

(51) Int.Cl.⁶

識別記号

F I

G 0 1 N 21/27

G 0 1 N 21/27

Z

C 2 3 C 18/31

C 2 3 C 18/31

D

18/50

18/50

審査請求 未請求 請求項の数2 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号

特願平8-298432

(22) 出願日

平成8年(1996)11月11日

(71) 出願人 000150202

株式会社中央製作所

愛知県名古屋市長穂区内浜町24番1号

(72) 発明者 柘植 良男

岐阜県多治見市脇之島町4丁目24番地の20

(72) 発明者 加藤 和成

愛知県半田市郷中町3丁目12番地

(72) 発明者 竹内 二郎

愛知県名古屋市長穂区浮島町12番302号

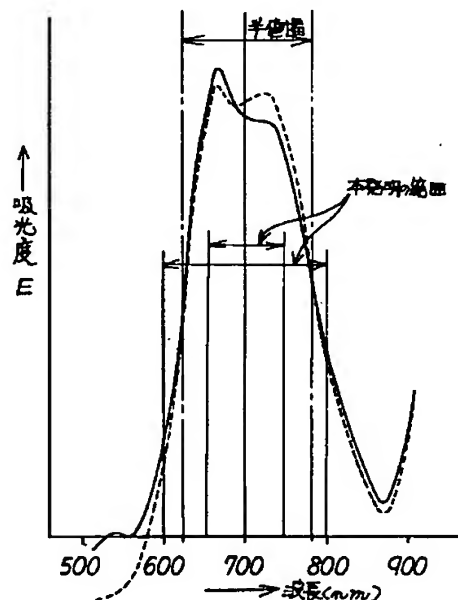
(74) 代理人 弁理士 名嶋 明郎 (外2名)

(54) 【発明の名称】 無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度測定方法

(57) 【要約】

【課題】 ターン数が進んでも吸光光度法により正確にニッケル濃度を測定することができる無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度測定方法を提供する。

【解決手段】 無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度を吸光光度法により測定するための赤色光源として、中心波長値が690～700nm、半値幅の短波長値が600～650nm、長波長値が750～800nmである連続スペクトル光源を用いる。これによりターン数の進行に伴う吸収曲線の形状変化の影響を無くし、誤差の少ないニッケル濃度の測定が可能となる。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度を赤色光源を用いて吸光光度法により測定するにあたり、この赤色光源として半値幅の短波長値が600～650nm、長波長値が750～800nmである連続スペクトル光源を用いることを特徴とする無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度測定方法。

【請求項2】 中心波長値が690～700nmである赤色光源を用いる請求項1に記載の無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度測定方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、吸光光度法による無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度測定方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】無電解ニッケルめっきでは、めっき液中のニッケルイオンがワーク金属の触媒還元反応によりワーク表面にニッケル金属として析出し、それにつれてニッケル濃度、還元剤濃度、pH等が徐々に低下して行く。*20

*そのため、めっき液をサンプリングして吸光光度法によりニッケル濃度を測定し、めっき液中のニッケル量等を常に定められた値に保つめっき液管理が行われている。

【0003】この吸光光度法によるニッケル濃度測定は、ニッケルイオンの吸収波長付近の波長を持つ赤色光源を用いて行われており、多くの場合フィルターにより波長領域を710±10nmの狭い範囲に絞られた赤色光源が用いられている。ところがこの方法で測定されたニッケル濃度は建浴時には実際のニッケル濃度（化学分析値）と一致しているが、ターン数（使用度）が進むと誤差が大きくなるという問題があった。その原因は、めっき液が老化して行くと亜磷酸、硫酸ソーダ等の不純物が蓄積することにより色調の変化が生じ、またターン数の進行に伴うpHの変化によっても色調の変化が生じるためである。参考のため、表1と表2に波長領域710±10nmの場合におけるターン数とpHの変化による吸光度の変化の一例を示す。

【0004】

【表1】

ターン数	めっき液分析値(g/L)			吸光度
	ニッケル	NaH ₂ PO ₄ ・H ₂ O	NaHPO ₄ ・5H ₂ O	
0	6.7	29.2		0.356
2.25	6.7	32.1	157.3	0.368
5.07	6.7	25.8	372.5	0.383
7.51	6.7	17.3	571.1	0.402
9.03	6.7	14.2	656.5	0.407

【表2】

ニッケル濃度(g/L)	pH	吸光度
3.79	4.20	0.20551
3.79	4.60	0.20901
3.79	5.01	0.21042

【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は上記した従来の問題点を解決し、ターン数が進んでも吸光光度法により正確にニッケル濃度を測定することができる無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度測定方法を提供するためになされたものである。

【0006】

【課題を解決するための手段】上記の課題を解決するためになされた本発明は、無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度を赤色光源を用いて吸光光度法により測定するにあたり、この赤色光源として半値幅の短波長値が600

～650nm、長波長値が750～800nmである連続スペクトル光源を用いることを特徴とするものである。なお、その中心波長値は690～700nmであることが好ましい。このように、従来の吸光光度法が中心波長±10nmの狭い範囲に絞られた赤色光源を用いていたのに対して、本発明は半値幅を100～200nmという広い幅とした連続スペクトル光源を用いた点にポイントがある。

【0007】

40 【発明の実施の形態】以下に本発明の好ましい実施の形態を示す。図1は吸光光度法の測定原理図であり、1は赤色光源、2はサンプリングされた無電解ニッケルめっき液、3は受光器である。赤色光源1から無電解ニッケルめっき液2に照射される入射光量を I_0 とし、受光器3に入る透過光量を I_1 とすると、 $t = I_1/I_0$ を透過率といい、 $E = \log(1/t)$ を吸光度という。そして図2に示すように一般にニッケル濃度は吸光度Eに正比例するので、吸光度Eから無電解ニッケルめっき液中のニッケル濃度を求めることができる。

50 【0008】しかし、前記したとおりターン数が進むと

不純物イオンが蓄積したりpHが変化するため、図3に示すように化学分析により求められたニッケル濃度が一定であるにもかかわらず、吸光度から求めた濃度が増加して測定誤差を生じる。本発明者等はこの吸光度の変化について検討した結果、無電解ニッケルめっき液の吸光曲線の形状が、ニッケル濃度が一定であるにもかかわらずターン数が進むと図4のように変化することを解明した。

【0009】即ち、吸光曲線は建浴時（ターン数0）のときは図4の実線の形状であるが、ターン数5.07のときは図4の鎖線の形状に変化する。そのために従来の710±10nmの波長領域の赤色光源を用いた方法では、ニッケル濃度が一定であるにもかかわらず、ターン数が進むと吸光度Eが変化する結果となる。

【0010】これに対して本発明では赤色光源1として、半値幅の短波長値が600～650nm、長波長値が750～800nmである連続スペクトル光源を用いる。この波長領域は、図4に破線で示す吸光曲線の半値幅にほぼ相当するものである。図4に示されるように、吸光曲線の形状はターン数が進むと増加する部分と減少する部分とがある。受光器3に入る透過光量 I_1 は赤色光源1の最短波長値から最長波長値までの区間の積分値であるから、本発明のような広い波長領域にわたる連続スペクトル光源を用いて吸光度の測定を行えば、ターン数が進むと増加する部分と減少する部分とが打ち消し合い、ほぼ一定の吸光度を得ることができる。

【0011】赤色光源1の半値幅の短波長値が600nm未満となったり長波長値が800nmを越えると、ニッケル濃度に対する感度が低下する。また赤色光源1の半値幅の短波長値が650nmを越えたり長波長値が750nm未満であると、上記したターン数の進行に伴う吸光曲線の形状変化の影響が大きくなり、従来と同様の問題を残すこととなる。なお、赤色光源1の中心波長値は690～700nmとすることが好ましく、実際にはこのような発光スペクトルを持つ赤色LEDを用いれば、長期間にわたり安定した測定が可能である。

【0012】

【実施例】ニッケル濃度を5.58g/Lの一定値に保った無電解ニッケルめっき液について、中心波長710nm、半値幅±10nmの赤色光源を用いた従来法と、中心波長695nm、半値幅±90nmの赤色光源を用いた本発明法とによって、ニッケル濃度を測定した。ターン数が0のときには従来法による測定値も本発明法による測定値も、化学分析値5.6g/Lと一致していた。しかし、ターン数が5となると従来法によるニッケル濃度の測定値は6.5g/Lとなり、誤差は16%となった。これに対して本発明法によるニッケル濃度の測定値は5.7g/Lとなり、誤差は僅か2%にまで減少した。

【0013】

【発明の効果】以上に説明したように、本発明のニッケル濃度測定方法によれば、吸光度法のための赤色光源として広い波長領域にわたる連続スペクトル光源を用いたことにより、ターン数の進行に伴う吸光曲線の形状変化の影響を無くし、ターン数が進んでも吸光度法により正確にニッケル濃度を測定することができる利点がある。また本発明は赤色光源を変えるだけで、容易に従来の測定装置に適用できる利点もある。よって本発明は無電解ニッケルめっき液のニッケル濃度管理を行ううえで効果の大きいものである。

【図面の簡単な説明】

【図1】吸光度法の測定原理図である。

【図2】ニッケル濃度と吸光度との関係を示すグラフである。

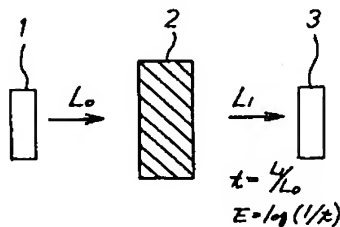
【図3】ターン数と吸光度から求めたニッケル濃度との関係を示すグラフである。

【図4】ターン数と吸光曲線との関係を示すグラフである。

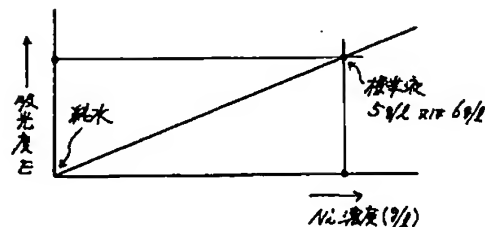
【符号の説明】

- 1 赤色光源
- 2 サンプリングされた無電解ニッケルめっき液
- 3 受光器

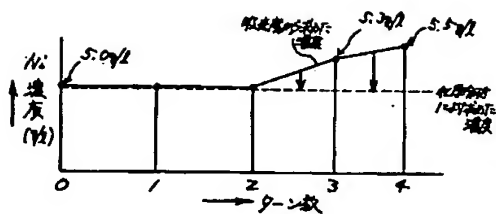
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

